

(11)Publication number : 63-270385

(43)Date of publication of application : 08.11.1988

(51)Int.Cl.

C30B 15/14

C30B 29/16

C30B 29/30

H01L 41/18

(21)Application number : 62-106771

(71)Applicant :

HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 30.04.1987

(72)Inventor :

KATAYAMA SHUJI

NITANDA FUMIO

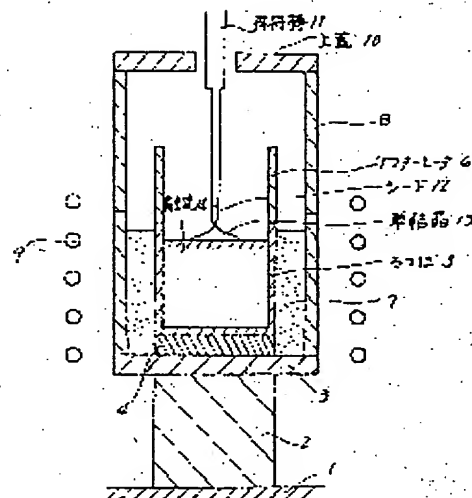
ABIKO NORIHISA

(54) PRODUCTION OF OXIDE SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an oxide single crystal without cracking or bending with good reproducibility, by providing a specific temperature gradient to a part just on a melt of a raw material for an oxide single crystal charged into a crucible and pulling up and growing a crystal.

CONSTITUTION: A raw material for an oxide single crystal, e.g. a raw material consisting of LiTaO_3 , in an amount of about 13kg is charged into a crucible 5 having about 150mm diameter, about 150mm height and about 2mm thickness and temperature is adjusted to about $1,290^\circ\text{C}$ to melt the raw material. An opening area between the upper lid 10 and holding rod 11 is adjusted to keep the temperature gradient in a part 5mm above a melt 14 to $46\text{W}75^\circ\text{C/cm}$, e.g. 68°C/cm . On the other hand, a seed 12 which is LiTaO_3 single crystal and has a pulling up direction of X-axis is attached to the lower end of the holding rod 11, which is then lowered to contact the melt. The seed is subsequently pulled upward while being rotated to grow a crystal, which is then cut off from the melt and cooled. As a result, the aimed single crystal 13 of good quality without causing cracking and bending is obtained.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-270385

⑮ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)11月8日

C 30. B 15/14

8518-4G

29/16

8518-4G

29/30

8518-4G

H 01 L 41/18

1 0 1

A-7131-5F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 酸化物単結晶の製造方法

⑯ 特 願 昭62-106771

⑰ 出 願 昭62(1987)4月30日

⑱ 発 明 者 片 山 秀 志 栃木県真岡市松山町18番地 日立金属株式会社電子部品工場内

⑲ 発 明 者 二 反 田 文 雄 栃木県真岡市松山町18番地 日立金属株式会社電子部品工場内

⑳ 発 明 者 安 孫 子 則 久 栃木県真岡市松山町18番地 日立金属株式会社電子部品工場内

㉑ 出 願 人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

明 細 書

1. 発明の名称 酸化物単結晶の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) るつぽ内に装入した酸化物単結晶の原料を
るつぽに入れ高周波電力により溶融し、融液
にシード(種結晶)を接触させた後、シード
を引き上げて所定の酸化物単結晶を所定の長
さ育成し、育成終了後前記融液から切り離し
て冷却する工程を有する酸化物単結晶の製造
方法において、前記るつぽ内融液直上5mmの
温度勾配を46℃/mm以上でかつ75℃/mm
以下になるようにして結晶を引き上げ育成す
ることを特徴とする酸化物単結晶の製造方法。

(2) 上記酸化物単結晶はLiTaO₃で、引き
上げ方向はX軸又は36°Y軸であることを
特徴とする特許請求の範囲第1項記載の酸化
物単結晶の製造方法。

(3) 上記酸化物単結晶はLiTaO₃で、結晶
直径が7.9mmから9.3mmの範囲で、引上げ方
向はX軸又は36°Y軸であることを特徴と

する特許請求の範囲第1項記載の酸化物単結
晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はLiTaO₃、酸化物単結晶(以下単
結晶という)を製造する方法に係り、特に例え
ば表面波弾性素子等の圧電体基板として用いら
れるものに関するものである。

〔従来の技術〕

単結晶を引き上げ法により育成する場合、一
般に得られる結晶の品質はるつぽ内の融液近傍
の温度分布の関与が大きいことが知られている。
結晶のクラック等の欠陥を少なくする為には融
液直上の温度勾配をゆるくすることが必要であ
ることが知られている。

例えば、特公昭55-3312号公報には、
良質の単結晶を得る為には、るつぽ内融液上5
mmの温度勾配を45℃/mm以下にし、前記融液
上30mmの温度勾配を25℃/mm以上になるよ
うにして結晶を引き上げ作成することを特徴と

する単結晶の製造方法が開示されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、上述のような従来の製造方法で育成しようとするアフターヒータや保温系の保温を良くし融液上5mmの温度勾配をゆるくする必要があるが、逆に融液上30mmの温度勾配はきつくする必要があり、両方の条件を満たすためには、アフターヒータや保温系の調整が難しいのが現状である。

本発明は上記の点に鑑み、簡単な構造のアフターヒータや保温系を用いて、クラックと曲がりの無い単結晶の製造方法を提供することを目的とするものである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明の融化物単結晶の製造方法は、上記目的達成のため、るつぽ内に装入した単結晶の原料を高周波電力により溶融し、融液にシードを接触させた後、シードを引き上げて所定の直径にし、所定の長さ育成し、育成終了後前記融液から単結晶を切り離して冷却する工程を有する

ものにおいて前記るつぽ内の融液直上5mmの温度勾配を46℃/mm以上でかつ75℃/mm以下にすることにより、直径75mm以上の単結晶をクラックや曲がりが発生させることなく高歩留で育成することができるようにしたものである。

〔作用〕

第1図は単結晶のクラックや曲がりに大きく効くと推定される融液面から融液上5mmの温度勾配と直径80mmの単結晶のクラックの有無、曲らずに伸びた結晶の長さの関係を明らかにするものである。第1図によれば結晶の長さを7.0mm以上にするためには融液上5mmの温度勾配を46℃/mm以上にすることが必要であることが知られる。また結晶にクラックが発生しないようにするためには、融液上5mmの温度勾配を75℃/mm以下である必要があることが知られる。

〔実施例〕

以下実施例によって本発明を詳説する。

第2図は本発明を実施するための単結晶育成

炉の構造を示すものでコンピュータ制御により単結晶が育成されつつある状態を示す説明図である。

炉体底部1の上に受台2、アルミナ台3、るつぽ受け台4があり、さらにその上にイリジウム製のるつぽ5と同じくイリジウム製のアフターヒータ6がある。るつぽの周囲にはジルコニアバブル7と保温筒8があり、さらに外側に加熱用高周波コイル9があり、保温筒上部には上蓋10がある。保持棒11にシード12が保持されておりシード12の下に育成中の単結晶13がありさらにその下には融液14がある。

上記のような単結晶の引き上げ方式により、単結晶の育成を行った実施例を次に説明する。

前記のようにして直径が150mm、高さが150mm、厚さが2mmのるつぽ5内にLiTaO₃からなる原料13kg装入し温度を1290℃にし原料を溶融した。また上蓋10と保持棒11の間の開口面積を調整することにより、融液上5mmの温度勾配を68℃/mmとなるようにし

た。一方、保持棒11の下端にLiTaO₃単結晶で引き上げ軸方向がX軸であるシード12を取り付け、保持棒11を下降させ融液に接触させた後、シードを回転させながら上方に3mm/hの速度で引き上げ結晶を直径80mm、長さ95mmまで成長させ融液と結晶を切り離し冷却した。この結果、クラックの発生が無く曲がりの無い良質の4000gの単結晶13を得ることができた。

これに対して上蓋10と保持棒11の間隔を広げ、融液上5mmの温度勾配を80℃/mmとなるようにして、上記と同様に同じく同様の寸法の単結晶を育成したところ冷却中にクラックが生じた。また上蓋10と保持棒11の間隔を狭くして、融液上5mmの温度勾配を30℃/mmとなるようにして、上記と同様に同じく同様の寸法の単結晶を育成したところクラックは生じなかったものの結晶上端から30mmの付近から曲がりが発生してしまい結晶上部しか製品として使用できなかった。

〔発明の効果〕

上述のように本発明は、炉内の温度勾配を適切にすることにより再現性良くクラックが無く曲りの無い単結晶を容易に得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

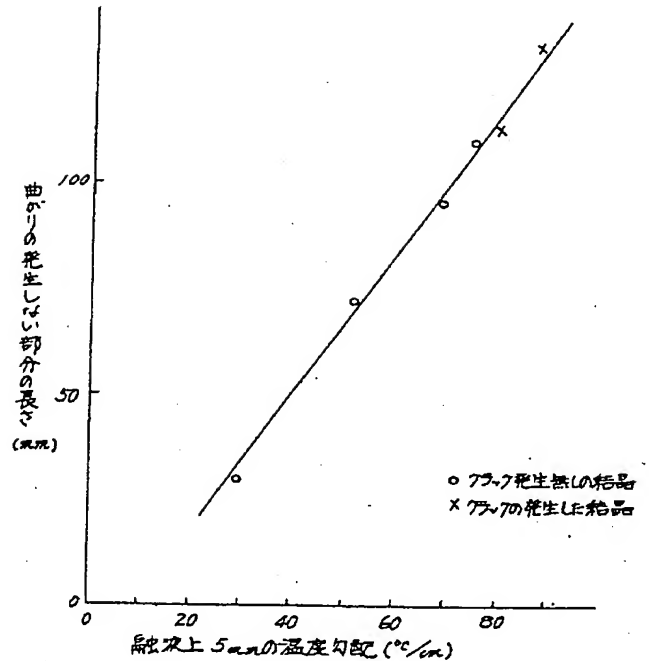
第1図は単結晶作成における融液直上5mmの温度勾配と曲がりの発生しない部分の長さ、クラック発生の有無との関係を示す特性図、第2図は本発明の実施例の一例の単結晶育成炉の構造を示す説明図である。

5: ろつぽ、6: アフターヒータ、10: 上蓋
11: 保持棒、12: シード、13: 単結晶

出願人 日立金属株式会社



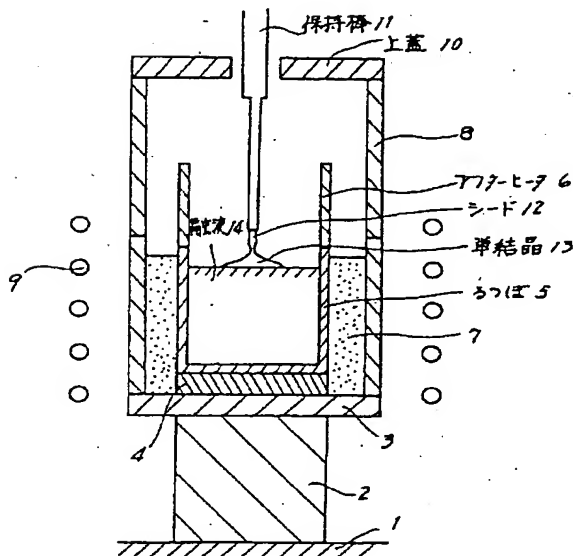
第1図



手続補正書

昭和 62.6.26 年 月 日

第2図



特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和 62 年 特 許 願 第 106771 号

2. 発明の名称

酸化物単結晶の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特 許 出 願 人

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

名 称 (508) 日立金属株式会社

代表者 松野 浩二

4. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

5. 補正の内容

別紙の通り

補正の内容

明細書の「発明の詳細な説明」の欄を下記の通り
訂正する。

記

1、明細書第5頁第17行の「1290℃」を「
1670℃」に訂正する。

以上